

# TiAl基金属間化合物の組織形態と力学特性に関する研究

|     |   |
|-----|---|
| 著者  | 三田尾 眞司  |
| 号   | 1354  |
| 発行年 | 1992  |
| URL | <a href="http://hdl.handle.net/10097/10161">http://hdl.handle.net/10097/10161</a> |

|             |                                  |               |  |
|-------------|----------------------------------|---------------|--|
| 氏 名         | 三 田 尾 眞 司                        |               |  |
| 授 与 学 位     | 博 士 ( 工 学 )                      |               |  |
| 学位授与年月日     | 平成 5 年 2 月 10 日                  |               |  |
| 学位授与の根拠法規   | 学位規則第 5 条第 2 項                   |               |  |
| 最 終 学 歴     | 昭 和 60 年 3 月                     |               |  |
|             | 東北大学大学院工学研究科金属材料工学<br>専攻前期課程修了   |               |  |
| 学 位 論 文 題 目 | TiAl 基金属間化合物の組織形態と力学特性<br>に関する研究 |               |  |
| 論 文 審 査 委 員 | 東北大学教授 西澤 泰二                     | 東北大学教授 及川 洪   |  |
|             | 東北大学教授 花田 修治                     | 東北大学助教授 石田 清二 |  |

## 論 文 内 容 要 旨

航空機、自動車等の輸送関連産業は、過去100年の間にめざましい発展をとげ、我々の生活様式にも多大なる変化をもたらした。一方、これらの産業の飛躍的發展に付随する環境問題や省エネルギー問題等の問題点が、特に近年になって顕在化してきており、その対策のひとつとして、エンジンの一層の高性能化や軽量化が望まれている。エンジンの高性能化は、材料にさらに過酷な性能を要求し、軽量（低比重）で耐熱性（高温強度、耐高温酸化性等）に富み、かつ構造材料として信頼性の高い、新しい材料の開発を待望する声が非常に高まっている。TiAl 基金属間化合物は、3.7程度の小さな比重であるうえ、1000K 付近の高温まで常温とほぼ同等の強度を確保し、かつ比較的金属に近い物理的性質を有するため、新しい軽量耐熱構造材料として大きな注目を浴びている。

TiAl 基金属間化合物の実用化を阻んでいる主な問題点は、おおよそ1000K 以下における乏しい延性であり、過去20年以上の間、米国および日本を中心として、微量元素添加による延性の改善に関し、多くの検討が重ねられてきた。一方、TiAl 基金属間化合物の組織形態と力学特性との関係に関しては、ここ数年、ようやくその重要性が認識されはじめたところであり、引張特性はもとより、破壊靱性、疲労特性、クリープ特性等が組織形態とどのような相関を持つのかについては、必ずしも系統立った理解がなされていない。

本研究は、Al 量や加工、熱処理による TiAl 基金属間化合物の組織形態変化を把握するとともに、それらの組織形態変化が各力学特性にどのような影響を及ぼすのかを実験により明らかにし、そのメカニズムに関する考察を通して、組織と力学特性との関係について系統的な理解を得ることを目

的とする。さらに、得られた知見を踏まえ、微量元素の添加により、優れた常温－高温特性バランスを有する TiAl 基金属間化合物の開発を試みた。

## 第1章 序 論

第1章では、新しい構造用軽量耐熱材料の出現を待望する世の中の趨勢を述べるとともに、その候補のひとつである TiAl 基金属間化合物の位置づけを、競合材料である Ni 基超合金、あるいはセラミックスとの比較により明確にした。さらに、TiAl 基金属間化合物に関する研究開発動向を概説し、組織と力学特性を論ずるうえで、基礎的かつ必要不可欠な、Ti-Al 系状態図、および TiAl 基金属間化合物の変化に関して、現在、理解されている事項をまとめた。そして、本論文の目的を明確化し、論文の構成を述べた。

## 第2章 TiAl 基金属間化合物鑄造材料の組織形態

第2章では、Al 量を44～51%の範囲で変化させた、TiAl 基金属間化合物鑄造材料の組織形態を調査し、組織の特徴を整理するとともに、Al 量によって組織形態が変化するメカニズムについて考察した。

Al 量が48%以下のものは、全体がコロニー状の  $\alpha_2(\text{Ti}_3\text{Al})/\gamma(\text{TiAl})$  層状（ラメラ）組織で覆われるのに対し、49～50%Al は、ラメラ組織と等軸  $\gamma$  粒の混合組織であり、51%Al は、デンドライト状のラメラと、それを埋める形の  $\gamma$  相から成る組織を呈する。そして、全面ラメラ組織である、Al 量が48%以下のものの中でも、44%Al のラメラ粒界（ラメラ組織のコロニー境界）が直線的であるのに対し、48%Al のラメラ粒界はジグザグであるという形態的相違があることが明らかとなった。第4章以後で述べるように、ラメラ粒界の形態は TiAl 基金属間化合物の力学特性に少なからず影響を与える。Al 量によるこのようなラメラ粒界の形態変化が生ずる理由を中心に、鑄造材の組織形態について検討した。

## 第3章 TiAl 基金属間化合物の高温加工、熱処理と組織形態

第3章では、高温加工による TiAl の組織変化と、高温加工後の高温静的保持による組織変化および粒成長挙動を調査し、併せて、熱活性化パラメータを用いた高温変形挙動の解析を行った。さらに、鑄造材において観察される特徴的なラメラ組織が高温変形挙動、組織変化過程に及ぼす影響について検討した。

$\gamma$  単相材の高温変形実験の結果、TiAl は典型的な動的再結晶型の動的復旧挙動を示すこと、高温変形条件（温度（ $T$ ）、歪速度（ $\dot{\epsilon}$ ））の関数である  $Z$  パラメータ（ $Z = \dot{\epsilon} \exp(Q/RT)$ ）により一義的に整理されることが示された。また、静的粒成長における反応速度定数を求めるとともに、到達可能粒径について検討し、TiAl の到達可能粒径が単相鋼と比較して小さいことが明らかとなった。

ラメラ組織を含む鑄造材の高温変形挙動を調査した結果、加工によるラメラ組織の変化は、ラメラと圧縮軸とのなす角度によって違いが認められた。組織変化と変形抵抗との対応を中心に、

組織変化の過程を光学顕微鏡，電子顕微鏡により観察し，考察を加えた。

#### 第4章 TiAl 基金属間化合物の常温における力学特性と組織形態

第4章では，第2章，第3章で述べてきた TiAl 基金属間化合物の組織形態に関する知見を踏まえ，各組織形態を有する TiAl 基金属間化合物の常温における力学特性（引張特性，破壊靱性，疲労特性）を調査して，組織形態と常温における力学特性との関係について考察した。

Ti-Al 2 元系の casting 材に対する引張特性を調査した結果，Ti-49Al が最も大きい伸びを，Ti-48% Al が最も高い破壊強度を，それぞれ示した。また，Ti-50%Al の  $\gamma$  単相材よりも Ti-50%Al casting 材の方が，Ti-48%Al casting 材よりも Ti-48%Al ; ( $\alpha + \gamma$ ) 域焼鈍材の方が，それぞれ大きな伸びを示した。常温延性に対しては，適量の  $\alpha_2$  相の存在と，組織の微細化が効果的であると考えられる。

破壊靱性は，ジグザグ状のラメラ界面を有する全面ラメラ組織である，Ti-48%Al casting 材が最も高く，30MPa $\sqrt{m}$ 以上の比較的高い破壊靱性値を示す。この高破壊靱性の要因として，ラメラに沿った microcrack の形成，secondary crack への成長，亀裂の主応力面からの分岐といった，いわゆる microcrack toughening が指摘された。これを裏付ける形で，同じ組成であってもラメラ方向によって破壊靱性が大きく変化することを示し，TiAl の破壊靱性が，ラメラの配向性や亀裂面とラメラ面との関係に大きく依存することを明らかにした。

疲労特性は，等軸  $\gamma$  粒組織，ラメラ組織といった組織形態よりも，材料としての降伏応力に依存する傾向が認められた。ただし，等軸  $\gamma$  粒組織の中では，結晶粒が微細である方が格段に高い疲労強度を示した。組織の微細化は，降伏応力の上昇以外にも，粒界への応力集中を軽減しクラックの発生を抑制すること，より均一な加工硬化により亀裂発生抵抗が効果的に向上する等の因子により，疲労強度上昇のためには効果的であると考えられる。

#### 第5章 TiAl 基金属間化合物の耐クリープ特性と組織形態

第5章では，高温における組織形態と力学特性との関係を把握することを目的として， $\gamma$  等軸単相材のクリープ特性に及ぼす粒径の影響，および Ti-(44~51)%Al casting 材のクリープ特性を調査した。

その結果， $\gamma$  単相材においては，粗粒材の方が耐クリープ性を示すことが明らかになった。その原因のひとつとして，第3章で述べた動的再結晶の進行との関連が挙げられ，細粒材の方が，動的再結晶核の核生成サイトとなる不連続領域（結晶粒界等）の密度が高いことが指摘された。併せて，TiAl 基金属間化合物のクリープ破壊に関しては，融点 ( $T_M$ ) に対して比較的低い温度領域 ( $\sim 0.6 T_M$ ) まで動的再結晶が関与することが示された。

また，Ti-(44~51)%Al casting 材のクリープ特性を調査した結果，硬さは Al 量の減少とともに単調に上昇するものの，クリープ破壊寿命は Ti-(46~48)%Al において最大を示した。50%Al  $\rightarrow$  (46~48)%Al による耐クリープ特性の向上は，材料強度の上昇によるものであり，一方，(46~48)%Al  $\rightarrow$  44%Al による耐クリープ特性の低下は，ラメラ粒界の直線化によるラメラ粒界の機械的強度の低下，およびラメラ粒界における応力緩和が生じ難くなった結果，wedge crack の生成が

容易になったこと等がその要因として挙げられた。

これらの結果から、強度が高く、かつラメラー粒界の機械的強度が高い、ジグザグ状のラメラー粒界を有する全面ラメラー組織が、耐クリープ特性に対して好ましい組織形態であるとした。

## 第6章 Si, Nb の添加による TiAl 基金属間化合物の組織変化と特性改善

第6章では、第4章、第5章において得られた、TiAl 基金属間化合物の組織と各特性に関する知見を踏まえたうえで、優れた常温–高温特性バランスを有する TiAl 基金属間化合物の開発を目指し、Nb, Si を微量添加した場合の諸特性について述べた。

Ti-48%Al ベースで検討した結果、0.5～1%の Si 添加により耐クリープ特性が著しく向上した。Ti<sub>3</sub>Si<sub>3</sub> 系シリサイドが微細析出し、ラメラー組織を安定化したことが要因として挙げられる。過剰のSi添加は、Ti<sub>3</sub>Al 相の減少によるラメラー組織の不安定化をもたらすとともに、破壊靱性の大幅な低下を招くので注意が必要である。また、1%Nb の添加により、ミクロ組織や力学特性を大きく変化させないで、耐高温酸化特性が著しく向上することが明らかになった。

これらの結果をもとに、Ti-Al-Nb-Si 4 元系の TiAl 基金属間化合物の常温破壊靱性、耐クリープ特性、耐高温酸化特性を調査し、成分適性化を行った。その結果得られた、Ti-46%Al-2.25%Nb-0.7%Si は、基本的にジグザグ状のラメラー粒界を持つ全面ラメラー組織から成り、3.96の低比重でありながら、Ni基超合金を大幅に上回る高温比強度、比クリープ強度、高温比疲労強度、耐硫化腐食性、Ni基超合金に匹敵する耐高温酸化特性（～1200K）を有し、実用材料として高いポテンシャルを有することが示された。

## 第7章 総 括

本章では、第1章から第6章までの各章において述べた内容をそれぞれ概括し、得られた知見を整理するとともに、全体としての結論を述べ、本論文の総括とした。

## 審 査 結 果 の 要 旨

自動車や航空機関連の産業の進展に伴い、軽量耐熱材料の開発が注目を集めている。中でも、TiAl 基金属間化合物は比重が3.7と小さく、しかも1000K 付近までの高温強度に優れているので、新しいタイプの軽量耐熱構造材料として期待されているが、韌性に乏しいことが実用化を阻んできた。本論文は、TiAl 基金属間化合物の化学組成ならびに加工・熱処理とマイクロ組織との関連を詳細に調査し、組織形態を制御することによって、従来の材料よりも常温から高温にわたる力学特性が格段に優れた合金を開発した経緯をまとめたもので、全編7章よりなる。

第1章は序論であり、本研究の背景と目的を述べている。

第2章では、TiAl 基鋳造材の組織形態がAl 量によって変化するメカニズムについて考察し、力学特性に大きな影響を与えるジグザグ状の粒界は、高温で安定な $\alpha$ 相(Ti<sub>3</sub>Al)が粒界反応型析出によって $\gamma$ 相(TiAl)に変態する際に形成されることを明らかにしている。

第3章では、TiAl 基鋳造材の高温変形挙動を調べ、動的再結晶の速さと変形応力を高温変形の温度と歪み速度の関数として一義的に整理している。また、高温変形によってラメラ組織が破壊され、組織の等軸化が進行すること、さらに、高温での長時間加熱による粒成長はオーステナイト系耐熱鋼などより格段に遅いことなどを明らかにしている。

第4章では、TiAl 基鋳造材と高温加工材の組織形態と常温での力学特性との関連について調査し、常温延性ならびに疲労特性に対しては、適量の $\alpha$ 相(Ti<sub>3</sub>Al)の共存と組織の微細化が有効であり、また、破壊靱性は組織全体が $\alpha$ 相と $\gamma$ 相のラメラ組織の場合に高い値を示すが、ラメラの配向性や劈開面との角度に著しく依存することなどを明らかにしている。

第5章では、TiAl 基鋳造材の耐クリープ特性と組織形態との関連について検討し、ジグザグ状の粒界を有するラメラ組織が耐クリープ特性に対して好ましい組織形態であることを示している。

第6章では、耐クリープ特性と耐酸化性に対する第3元素の添加の効果を調査し、0.5～1%Si 添加によってラメラ組織が安定化されて、耐クリープ性が著しく向上すること、またNb 添加によって耐高温酸化特性が大幅に改善されることを明らかにしている。さらに、これらの知見に基づいて、ジグザグ状の粒界を有するラメラ組織をもつTi-46%Al-2.25%Nb-0.7%Si 合金を試作し、この合金がNi 基超合金を大幅に上回る高温強度を有し、極めて有望な材料であることを確認した結果を述べている。

第7章は結論である。

以上要するに本論文は、TiAl 基金属間化合物のマイクロ組織と力学特性の関連を明確にし、実用レベルの特性を賦与することに成功した経緯を述べたもので、材料工学の発展に寄与するところが少なくない。

よって、本論文は博士(工学)の学位論文として合格と認める。